



별첨 사본은 아래 출원의 원본과 동일함을 증명함.

**This is to certify that the following application annexed hereto
is a true copy from the records of the Korean Intellectual
Property Office.**

출 원 번 호 : 특허출원 2003년 제 0070060 호
Application Number 10-2003-0070060

출 원 년 월 일 : 2003년 10월 08일
Date of Application OCT 08, 2003

출 원 인 : (주)프탈로스
Applicant(s) Phthalos Co., Ltd

2004 년 11 월 1 일

특 허 청
COMMISSIONER



BEST AVAILABLE COPY



【서지사항】

제1명]	특허출원서
제2명]	특허
제3명]	특허청장
제4명]	0010
제5명]	2003.10.08
제6명]	G03G 005/04
제7명]	옥시타늄 프탈로시아닌 전하발생물질의 제조 방법 및 이를 위한 장치
제8명]	Method for Preparing Oxytitanium Phthalocyanine Charge Generating Material and Apparatus for Preparing the same
제9명]	
제10명]	(주)프탈로스
제11명]	1-2003-011872-1
제12명]	
제13명]	특허법인씨엔에스
제14명]	9-2003-100065-1
제15명]	손원 .염승윤
제16명]	2003-048191-2
제17명]	
제18명]	권종호
제19명]	KWON, Jong Ho
제20명]	690518-1120626
제21명]	612-839
제22명]	부산광역시 해운대구 좌동 1412 등부아파트 106동 401호
제23명]	KR
제24명]	
제25명]	정기석
제26명]	JUNG, Gi Suck
제27명]	740710-1122512
제28명]	608-811
제29명]	부산광역시 남구 대연1동 871-18 대동빌라 4차 102호
제30명]	KR

▶명지	
- {성명의 국문표기}	손우호
{성명의 영문표기}	SON,Woo Ho
{주민등록번호}	741008-1899815
{우편번호}	608-811
{주소}	부산광역시 남구 대연1동 876-13 명진프라임빌 701호
{국적}	KR
▶명지	
{성명의 국문표기}	박성수
{성명의 영문표기}	PARK,Sung Soo
{주민등록번호}	560121-1100911
{우편번호}	608-090
{주소}	부산광역시 남구 용호동 176-30 웰지매트로시티 129동 302호
{국적}	KR
▶명지	
{성명의 국문표기}	고진필
{성명의 영문표기}	GO,Jin Peel
{주민등록번호}	761202-1919313
{우편번호}	602-022
{주소}	부산광역시 서구 남부민2동 428-239
{국적}	KR
▶명지	
{성명의 국문표기}	정현석
{성명의 영문표기}	JUNG,Hyun Suck
{주민등록번호}	770914-1123111
{우편번호}	612-741
{주소}	부산광역시 해운대구 우1동 경동아파트 101동 303호
{국적}	KR
▶사칭구	참구
▶기공개	산청

제지]	특허법 제42조의 규정에 의한 출원. 특허법 제60조의 규정에 의한 심사청구. 특허법 제64조의 규정에 의한 출원 공개를 신청합니다. 대리인		
	특허법인씨엔에스 (인)		
수수료]			
【기본출원료】	20	면	29,000 원
【가산출원료】	17	면	17,000 원
【우선권주장료】	0	건	0 원
【심사청구료】	20	항	749,000 원
【합계】	795,000 원		
【감면사유】	소기업 (70%감면)		
【감면후 수수료】	238,500 원		
첨부서류]	1. 요약서·명세서(도면)_1종 2. 소기업임을 증명하는 서류_1종		

【요약서】

요약

본 발명은 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질의 제조 방법 및 이를 위한 장치에 관한 것으로, 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드를 유기용매와 함께 균질하게 혼합하면서 주파수 0.1 ~ 100 GHz, 출력 10 ~ 3,000W의 마이크로파와 1 ~ 1,000kHz, 10 ~ 5,000W의 초음파 에너지를 적용하고 30~100℃의 온도에서 0.5~5시간동안 반응시키는 것을 특징으로 하는 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질의 제조 방법 및 주파수 0.1 ~ 100 GHz, 출력 10~3000W의 마크네토크론 (1) 과 마이크로파 용기 (2) 내의 마이크로 파장을 균일하게 하기 위한 모드 교반기 (3), 정확한 반응물의 온도 측정 및 조절을 행하기 위한 PID 방식 온도제어기 (8), 마이크로파 용기 (2)의 상단면에서 세 개 구멍에 삽입된 마이크로파 차폐된 K형 열전대 (4), 응축기 (5), 교반봉 (6), 마이크로파 용기 (2)의 하단면에 뚫린 한개의 구멍에 삽입된 초음파 텀 (7), 반응물이 투입되 파이프렉스 용기 (9) 및 용매 탱크 (10)로 이루어진 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생 물질을 합성하는 장치가 제공된다.

본 발명에 의하면, 열에 안정하며 우수한 결정안정성을 갖는 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질을 효율적으로 제조할 수 있다.

표도

도 2

인어

티타늄 프탈로시아닌, 마이크로파, 초음파, 전하발생물질

【명세서】

발명의 명칭]

옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질의 제조 방법 및 이를 위한 장치(Method
Preparing Oxytitanium Phthalocyanine Charge Generating Material and Apparatus
Preparing the same)

궤면의 간단한 설명]

도 1- 실시예 1의 합성에 1에 의한 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드의 X-선 회
패턴

도 2- 실시예 1의 합성에 2에 의한 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드의 X-선 회
패턴

도 3- 본 발명에 사용된 마이크로파 발생장치

도 4- 실시예 2에 의한 옥시티타늄 프탈로시아닌의 X-선 회절 패턴

도 5- 실시예 3에 의한 옥시티타늄 프탈로시아닌의 X-선 회절 패턴

도 6- 실시예 4에 의한 옥시티타늄 프탈로시아닌의 X-선 회절 패턴

도 7- 비교예 1에 의한 옥시티타늄 프탈로시아닌의 X-선 회절 패턴 (원내는

타-형 옥시티타늄 프탈로시아닌의 특성 피크)

도 8- 비교예 2에 의한 옥시티타늄 프탈로시아닌의 X-선 회절 패턴 (원내는 베타

형 옥시티타늄 프탈로시아닌의 특성 피크)

도 9- 비교예 3에 의한 옥시티타늄 프탈로시아닌의 X-선 회절 패턴 (원내는 베타

형 옥시티타늄 프탈로시아닌의 특성 피크)

도 10- 실시예 5에 의한 옥시타늄 프탈로시아닌의 X-선 회절 패턴

도 11- 비교예 4에 의한 옥시타늄 프탈로시아닌의 X-선 회절 패턴

도 12- 실시예 6에 의한 옥시타늄 프탈로시아닌의 X-선 회절 패턴

도 13- 실시예 7에 의한 옥시타늄 프탈로시아닌의 X-선 회절 패턴

도 14- 실시예 2에 의한 옥시타늄 프탈로시아닌의 무사 전자현미경 사진

0,000배)

도 15- 비교예 2에 의한 옥시타늄 프탈로시아닌의 무사 전자현미경 사진

0,000배)

도 16- 옥시타늄 프탈로시아닌의 전기적 특성을 측정하기위해 본 발명에서 사
된 광전도체 드럼의 단면도

*도면의 주요 부호에 대한 설명

- | | |
|----------------------|-------------------|
| -- 마그네트론 | 2 -- 마이크로파 용기 |
| -- 모드 교반기 | 4 -- K형 열전대 |
| -- 응축기 | 6 -- 교반봉 |
| -- 초음파 텀 | 8 -- PID 방식 온도제어기 |
| -- 파이렉스 용기 | 10 -- 용매 탱크 |
| 11 -- 산화막처리된 알루미늄 드럼 | 12 -- 전하발생층 |
| 13 -- 전하수송층 | |

·

[발명의 상세한 설명]

·

[발명의 목적]

[발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술]

본 발명은 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질의 제조 방법 및 이를 위한 장치에 관한 것으로, 보다 상세하게는 마이크로파와 초음파를 이용하여 결정안정성이 수한 고감도 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질을 제조하는 방법 및 이를 위한 장치에 관한 것이다.

가시광선영역에서 높은 감광성을 갖는 광전도체들은 복사기, 프린터 등에 광범하게 사용되고 있다. 이러한 광전도체로는 셀레늄, 산화아연, 황화카드뮴 및 다른 유기 전하발생물질을 주성분으로 하는 감광층을 전도성 지지체위에 도포한 것이 널리 용되어왔다. 그러나, 이러한 무기 전하발생물질은 감광성, 열적 안정성, 내수성, 구성 및 복사기나 프린터용으로서 요구되는 다른 물성에 있어서 만족스럽지 못하였. 예를 들면, 황화카드뮴을 사용한 광전도체는 내수성 및 내구성에서 열등하였고, 화아연을 사용한 광전도체는 내구성에 문제가 있었다. 또한 셀레늄 및 황화카드뮴을 사용한 광전도체들은 이들의 제조 및 취급에 제한이 따르는 단점이 있다.

·

이러한 무기 전하발생물질의 문제점을 해결하기 위해 다양한 유기 전하발생물질이 연구되고 있다. 여러 가지 유기 전하발생물질들 중에서 옥시티타늄 프탈로시아

이 높은 감광성, 우수한 내구성, 뛰어난 열적 안정성 등으로 인해 널리 사용되고
다.

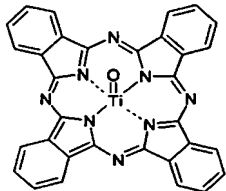
옥시타늄 프탈로시아닌은 여러 가지 결정형태가 존재하는데 그 중 대표적인
들은 알파-형 (B-형 또는 II-형), 베타-형 (A-형 또는 I-형), 메타-형 (C-형 또는
I-형) 그리고 감마-형 (D-형 또는 IV-형) 등이 있다. 이 중 감마-형의 전자사진 특성
가장 우수하여 전하발생물질로 널리 사용되고 있다. 옥시타늄 프탈로시아닌은
X-선 회절 패턴에 따라 전자사진특성이 달라지며 여러 회사에서 독자적인 X-선 회
절 패턴을 특허로써 보호받고 있다. 미국 특허 제5,132,197호에서는 브래그각 9.0,
.2, 23.9 및 27.1에서 X-선 회절 특성 피크를 가진 옥시타늄 프탈로시아닌을 개
하고 있으며, 미국 특허 제5,194,354호에서는 브래그각 7.2, 14.2, 24.0 및 27.2
는 7.4, 10.9 및 17.9 또는 7.6, 9.7, 12.7, 16.2 및 26.4 또는 8.5 와 10.2에서
선 회절 특성 피크로 지정하였고, 미국 특허 제5,298,353호에서는 브래그각 9.0,
.2, 23.9 및 27.1 또는 7.4, 9.2, 10.4, 11.6, 13.0, 14.3, 15.0, 15.5, 23.4,
.1, 26.2 및 27.2도들, 미국 특허 제5,593,805호에서는 브래그각 7.4, 10.2, 12.5,
.0, 16.3, 18.3, 22.4, 24.2, 25.2 및 28.5도들, 미국 특허 제4,728,592호에서는
래그각 7.6, 10.2, 12.6, 13.2, 15.1, 16.2, 17.2, 18.3, 22.5, 24.2, 25.3, 28.6,
.3 및 31.5도들, 미국 특허 제5,252,417호에서는 9.5, 14.3, 18.0, 24.0 및 27.2도
, 미국 특허 제5,567,559호에서는 브래그각 7.5, 9.3, 13.6, 14.3, 17.9, 24.0,
.2 및 29.1도 또는 7.4, 9.5, 11.6, 13.6, 14.3, 17.9, 24.0, 27.2 및 29.1도들,
국 특허 제6,284,420호에서는 브래그각

3, 9.4, 14.0, 24.1, 25.7, 27.2 및 28.5도를, 미국 특허 제4,898,799호에서는 브
 그각 8.5, 11.7, 15.0, 23.5, 24.1 및 27.3도를, 미국 특허 제4,994,339호에서는
 래그각 8.6, 11.7, 24.1 및 25.2도를, 미국 특허 제5,039,586호에서는 브래그각
 8, 9.5, 11.5, 13.4, 18.0, 24.1 및 27.3도를, 미국 특허 제4,664,997호에서는 브
 그각 9.3, 10.6, 13.2, 15.1, 15.7, 16.1, 20.8, 23.3, 26.3 및 27.1도를, 미국 특
 제5,213,929호에서는 브래그각 7.4, 22.3, 24.1, 25.3, 27.3 및 28.5도를, 미국
 허 제5,972,551호에서는 브래그각 7.4, 9.4, 9.7 및 27.3도를, 미국 특허 제
 447,965호에서는 브래그각 7.3, 9.4, 9.6, 11.6, 13.3, 17.9, 24.1 및 27.2도를,
 국 특허 제5,350,844호에서는 브래그각 6.8, 9.2, 10.4, 12.3, 13.1, 15.0, 15.6,
 .0, 20.6, 23.2, 25.3, 26.2, 26.5 및 27.1도를 특성 피크의 위치로 지정하고
 다. 본 발명에 따라 제조된 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질은 그 특성 피
 의 위치가 브래그각 7.2, 9.6, 11.7, 12.7, 13.4, 14.1, 14.8, 18.0, 18.4, 22.3,
 .1 및 27.2도이며 X-선 회절 패턴의 특징은 브래그각 27.2도에서 가장 강한 피크가
 나타나며 브래그각 9.6도에서 그 다음으로 강한 피크가 나타나고 브래그각 9.6도 및
 .1도의 피크는 단일 피크로 갈라짐이 없으며 브래그각 26도 및 28도 부근에 피크가
 는 것을 특징으로 한다(이상 브래그각은 2 θ 값으로 +/-0.2도의 범위를
 진다.).

옥시티타늄 프탈로시아닌은 주로 1,2-디시아노벤젠이나 1,3-다이미노이소인돌린
 주원료로하고 티타늄원으로는 사염화티탄이나 테트라알콕시티탄을 사용하여

메틸피롤리돈이나 1-클로로나프탈렌 혹은 퀴놀린 용매하에서 160-200℃에서 6-12시간 동안 반응시킨 후, 정제공정을 거쳐 합성되며 이렇게 합성된 상태를 크루드 상태라 한다. 일본 특허 제62-256865호에서는 1,2-디시아노벤젠과 사염화티탄을 사용하는 방법을, 미국 특허 제4,971,877호에서는 1,3-다이미노이소인돌린과 테트라알콕시티올 사용하는 방법을, 일본 논문 Bull. Chem. Soc. Jpn., 68, 1001-1005, 1995에서 1,2-디시아노벤젠과 테트라부톡시티탄을 사용하는 방법을 기술하고 있다. 이렇게 얻은 옥시타람 프탈로시아닌 크루드는 입자가 크며 전자사진 특성 또한 나빠서 하발생물질로서 사용될 수 없다. 따라서 적절한 후처리 가공공정을 거쳐야만 높은 광성을 갖는 전하발생물질로서 사용될 수 있다. 옥시타람 프탈로시아닌의 구조식 다음의 화학식 1과 같다.

화학식 1]



옥시타람 프탈로시아닌의 대표적인 후처리 가공공정은 크게 진한 황산이나 과로겐화카르복시산 등의 강산에 옥시타람 프탈로시아닌 크루드를 녹이고 난 뒤 물 나 여러 가지 유기 용제에서 재결정을 시킨 후 할로벤젠, 할로나프탈렌 등의 할로

화방향족 용제치리를 하여 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질을 얻는 방법이다. 미국 특허 제5,164,483호에서는 진한 황산과 클로로벤젠을 사용하는 방법을, 국 특허 제5,252,417호에서는 트리클루오로아세트산과 클로로벤젠을 사용하는 방법, 미국 특허 제5,786,121호에서는 펜타클루오로프로피온산과 클로로벤젠을 사용하는 방법을, 미국 특허 제6,521,387호에서는 진한 황산과 1,2-디클로로에탄을 사용하는 방법을, 미국 특허 제5,773,184호에서는 디클루오르아세트산 혹은 디클로로아세트 을 사용하는 방법을 기술하고 있다.

옥시티타늄 프탈로시아닌의 대표적인 후처리 가공공정중 다른 하나는 옥시티타 프탈로시아닌 크루드를 블밀, 진등밀, 아트리터, 레드데빌 등과 같은 분쇄기에서 식분쇄한 후 유기용제 처리를 하는 방법이 있다. 미국 특허 제5,567,559호에서는 밀과 n-부틸에테르를 사용한 방법을, 미국 특허 제5,059,355호에서는 페인트 웨이 와 1,2-디클로로벤젠을 사용한 방법을 기술하고 있다.

이들 관련 문헌으로 얻어진 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질들은 그 전자 진 특성이 우수하지만 테트라하이드로퓨란 등 여러 가지 유기용제에 대한 결정안정 이 매우 약해 전하발생층 코팅액을 제조한 후 저장안정성이 극도로 취약하여 보관 이 떨어지는 단점이 있다. 또한 산에 녹이거나 분쇄한 후 유기용제 처리 단계에서 도에 상당히 민감하여 유기용제 처리단계에서 온도조절에 상당한 주의를 기울여야 다는 단점이 있다. 이들 문제점들은 결정이 완전히 감마-형으로 전이되지 못하고 량의 베타-형 혹은 알파-형의 결정들이 남아 있음으로 인해 유기용제 속에서 혹은

온에서 이미 형성된 감마-형 결정들이 보다 안정한 베타-형 혹은 알파-형의 결정으로 전이되는데 기인하는 것으로 사료된다.

[발명이 이루고자 하는 기술적 과제]

본 발명에서는 상기한 문제점들인 취약한 결정안정성 및 온도 민감성으로 인한 정상의 번거로움을 해결하기 위해 마이크로파와 초음파를 이용하여 27.2±0.2 °의 치에서만 피크가 존재하는 새로운 결정형의 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드를 합하고 이를 후처리 가공하여 결정안정성이 우수한 고품질의 옥시티타늄 프탈로시아 전하발생물질의 제조방법을 제공하고자 한다.

또한, 본 발명에서는 주파수 0.1 ~ 100 GHz, 출력 10~3000W의 마크네톨론 (1)과 마이크로파 용기 (2) 내의 마이크로 파장을 균일하게 하기 위한 모드 교반기 (3), 정확 반응물의 온도 측정 및 조절을 행하기 위한 PID 방식 온도제어기 (8), 마이크로파 기 (2)의 상단면에서 세 개의 구멍에 삽입된 마이크로파 차폐된 K형 열전대 (4), 응기 (5), 교반봉 (6), 마이크로파 용기 (2)의 하단면에 뚫린 한개의 구멍에 삽입된 초파 튜 (7), 반응물이 투입되는 파이렉스 용기 (9) 및 용매 탱크 (10)로 이루어진 옥시타늄 프탈로시아닌 전하발생물질을 합성하는 장치를 제공하는 것이다.

또한, 본 발명에서는 상기 방법으로부터 제조된 고품질의 옥시티타늄 프탈로시아 전하발생물질을 제공하는 것이다.

또한, 본 발명에서는 상기 옥시타늄 프탈로시아닌 전하발생물질을 사용하여
조된 광전도체를 제공하는 것이다.

[발명의 구성 및 작용]

본 발명의 일견지에 의하면, 옥시타늄 프탈로시아닌 크루드를 유기용매와 합
균질하게 혼합하면서 주파수 0.1 ~ 100 GHz, 출력 10 ~ 3,000W의 마이크로파와 1
1,000kHz, 10 ~ 5,000W의 초음파 에너지를 적용하고 30-100℃의 온도에서 0.5-5시
동안 반응시키는 것을 특징으로 하는 옥시타늄 프탈로시아닌 전하발생물질의 제
방법이 제공된다.

본 발명의 다른 견지에 의하면, 주파수 0.1 ~ 100 GHz, 출력 100-3000W의 마크
트론 (1)과 마이크로파 용기 (2) 내의 마이크로 파장을 균일하게 하기 위한 모드 교
기 (3), 정확한 반응물의 온도 측정 및 조절을 행하기 위한 PID 방식 온도제어기
) , 마이크로파 용기 (2)의 상단면에서 세 개의 구멍에 삽입된 마이크로파 차폐된 K
열전대 (4), 음속기 (5), 교반봉 (6), 마이크로파 용기 (2)의 하단면에 뚫린 한개의
명에 삽입된 초음파 텡 (7), 반응물이 투입되는 파이렉스 용기 (9) 및 용매 탱크 (10)
이투어지고, 파이렉스 용기 (9)내에서 옥시타늄 프탈로시아닌 크루드를 유기용
와 함께 균질하게 혼합하면서 주파수 0.1 ~ 100 GHz, 출력 10 ~ 3,000W의 마이크로
와 1 ~ 1,000kHz, 10 ~ 5,000W의 초음파 에너지를 적용하고 마이크로파 차폐된 K형
열전대 (4) 및 PID 방식 온도제어기 (8)를 이용하여 정밀하게 조절하면서 30-100℃의
도에서 0.5-5시간동안 반응시켜 옥시타늄 프탈로시아닌 전하발생물질을 합성하는
을 특징으로 하는 장치가 제공된다.

본 발명의 또 다른 견지에 의하면, 상기 방법으로부터 제조된 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질이 제공된다.

본 발명의 또 다른 견지에 의하면, 상기 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질 사용하여 제조된 평전도체가 제공된다.

이하에서 본 발명을 보다 상세하게 설명하면 다음과 같다.

본 발명은 마이크로파와 초음파를 이용하여 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생질을 제조한다.

옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드들 유기용매와 함께 균질하게 혼합하면서 마이크로파를 적용하고 열을 가하여 반응시킨다.

본 발명에 사용되는 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드는 일반적으로 이 기술분야 알려진 방법에 의해 제조된 것일 수 있다. 그 중 미국 특허 제4,971,877호의 1,3-이미노이소인돌린과 테트라알콕시티탄을 사용하는 방법과 일본 논문 Bull. Chem. Soc. Jpn., 68, 1001-1005, 1995에서는 1,2-디시아노벤젠과 테트라부콕시티탄을 사용하는 방법으로 두 종류의 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드들 합성할 수 있다. 전자의 경우는 일반적인 제래식 합성 장치를 사용하는 경우이며, 후자의 경우는 한국 특허 출원번호: 제10-2003-0030726호)에서 언급한 마이크로파와 초음파를 이용한 합성 장치를 사용하여 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드들 합성하는 경우이다. 더욱 상세히, 2-디시아노벤젠이나 1,3-디이미노이소인돌린을 주원료로하고 티타늄원으로는 테트

알콕시티탄을 사용하여 N-메틸피롤리돈이나 1-클로로나프탈렌 혹은 퀴놀린 용매하
서 160-200℃에서 0.1-12시간동안 제래식 혹은 마이크로파 합성 장치들 이용하여
응시킨 후, 정제공정을 거쳐 합성된 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드가 사용될 수
다.

상기 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드는 상온이하의 온도에서 산에 녹인 후 제
정된 것이나 혹은 건식 또는 습식 분쇄된 것을 사용하는 것이 바람직하다. 이때 산
황산, 인산 또는 할로겐화카르복시산이 바람직하며, 제결정에 사용되는 용매로는
, 지방족 및 방향족 알코올, 케톤, 에테르, 에스테르 또는 그 혼합용액이 바람직하
, 지방족 알코올로는 메탄올, 에탄올, 프로판올, 이소프로판올, 부탄올, 이소부탄
이 바람직하며, 방향족 알코올로는 벤질알코올이 바람직하며, 케톤으로는 아세톤,
틸에틸케톤, N-메틸피롤리돈, 테트라하이드로퓨란이 바람직하며, 에테르로는 에틸
테르, n-부틸에테르가 바람직하며, 에스테르로는 아세트산메틸 및 아세트산에틸이
람직하다.

유기용매는 할로겐화벤젠, 할로겐화나프탈렌 또는 이들과 물의 혼합용액이 바람
하다. 보다 바람직하게 상기 유기용매는 물과 할로겐화벤젠 또는 할로겐화나프탈렌
1:1 ~ 10:1로 혼합한 것이 사용된다. 이때 할로겐은 염소, 불소, 브롬 또는 요오
일 수 있으며 그 치환개수는 1-4가 바람직하다.

유기용매와 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드의 혼합비는 특별히 한정하지는 않
나 1:1 ~ 10:1의 비율로 혼합하는 것이 바람직하다.

마이크로파 적용시 주파수 0.1 ~ 100 GHz, 출력 10 ~ 3,000W으로 하는 것이

람직하며, 만일 이러한 범위를 벗어나는 경우 정확한 온도 조절이 어려울 뿐만 아니라 마이크로파의 특성인 균일가열 및 부피발열 특성이 적절히 적용되지 못하는 문제가 발생할 수 있다. 이때 반응시 온도는 30-100℃로 하며, 이 온도범위를 벗어나는 경우, 결정이 완전히 감마-형으로 전이되지 못하고 소량의 베타-형 혹은 알파-형의 결정들이 남아 있음으로 인해 유기용제 속에서 혹은 고온에서 이미 형성된 감마-형 결정들이 보다 안정한 베타-형 혹은 알파-형의 결정으로 전이되는 문제가 발생할 수 있으며, 바람직한 온도는 50-70℃이다. 또한, 반응시간은 0.5-5시간이 바람직하며, 5시간미만인 경우 감마-형으로의 결정전이가 충분히 일어나지 못하며, 5시간을 넘 경우 이미 형성된 감마-형의 결정들이 보다 안정한 베타-형 혹은 알파-형으로 다 결정이 전이되는 문제가 발생할 수 있다. 바람직한 반응시간은 10분-5시간이다.

본 발명에 따라 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질은 예를들어, 다음과 같이 제조될 수 있다.

옥시티타늄 프탈로시아닌을 진한 황산에 녹인 후 2시간 동안 교반한다. 교반이 난 황산 용액을 얼음과 물의 혼합액에 부가하여 재결정시킨다. 재결정을 통해 얻어 옥시티타늄 프탈로시아닌은 여과를 통해 분리하며 여액의 pH가 중성이 될 때까지 세척한다. 세척이 끝난 옥시티타늄 프탈로시아닌 케이크를 물과 클로로벤젠의 혼합액에 분산하여 마이크로파 발생장치에서 60℃에서 1시간 동안 처리한다.

본 발명에 따른 장치는 도 3에 도시되어 있는바, 주파수 2.45GHz, 출력 3000W의 크네트론(1)을 가진 합성 장치로서 마이크로파 용기(2) 내의 마이크로 파장을 균일하게 하기 위하여 모드 교반기(3)를 설치하였고, 정확한 반응물의 온도 측정 및 조절

행하기 위하여 스테인레스강으로 마이크로파 차폐된 K형 열전대 (4) 및 PID 방식 온도제어기 (8)를 설치하였다. 반응물의 열 효율을 높이기 위하여 분리형 삼구 파이렉스 용기 (9)를 유리 섬유로 단열 시킨 후, 마이크로파 용기 (2)의 중앙에 놓이도록 하였다. 또한, 마이크로파 용기의 상단면에 지름이 1cm 정도인 구멍을 세 개를 뚫어서 열전대 (4), 응축기 (5) 및 교반통 (6)을 설치하였고, 하단면에 지름이 1cm 정도인멍을 한 개 뚫어서 초음파 팁 (7)을 설치하였다. 용매탱크 (10)에는 마이크로파에는 응을 하지 않고 초음파 에너지를 파이렉스 용기내의 반응물로 전달해줄 수 있는 플 인 데카린 (decalin, decahydronaphthalene)을 채워둔다.

본 발명에 따른 합성 장치로 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드를 파이렉스 용기)내에서 유기용매와 함께 균질하게 혼합하면서 주파수 0.1 ~ 100 GHz, 출력 10 ~ 000W의 마이크로파와 1 ~ 1,000kHz, 10 ~ 5,000W의 초음파 에너지를 적용하고 마이크로파 차폐된 K형 열전대 (4) 및 PID 방식 온도제어기 (8)를 이용하여 정밀하게 조절면서 30-100℃의 온도에서 0.5-5시간동안 반응시켜 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하 생물질을 합성한다. 마이크로파 처리가 완료되면 여과하고 메탄올로 세척한 후 건기에서 건조한다.

이렇게 마이크로파와 초음파 에너지를 이용해 합성된 옥시티타늄 프탈로시아닌 하발생물질의 X-선 회절 패턴을 보면 브래브 각 (2Theta)이 26.1 ± 0.2 °의 위치에 피가 전혀 없음을 알 수 있다 (도 4 ~ 6 및 12 참조). 이는 결정이 모두 완전한 감마-으로 전이되었다는 것을 의미한다. 입자의 크기도 투사전자현미경사진을 통해 알있듯이 마이크로파와 초음파를 사용한 경우가 현저히 작고 균일하므로 전하발생충

평액 제조 시 분산시간을 단축할 수 있도록 함으로써 생산성을 증대시킬 수 있다 (

14, 15 참조).

이와 같이 본 발명의 방법으로 제조된 옥시타늄 프탈로시아닌 전하발생물질은
래그각 $7.2 \pm 0.2^\circ$, $9.6 \pm 0.2^\circ$, $11.7 \pm 0.2^\circ$, $12.7 \pm 0.2^\circ$, $13.4 \pm 0.2^\circ$, $14.1 \pm 0.2^\circ$,
 $18.0 \pm 0.2^\circ$, $18.4 \pm 0.2^\circ$, $22.3 \pm 0.2^\circ$, $23.4 \pm 0.2^\circ$, $24.1 \pm 0.2^\circ$, $24.5 \pm$
 2° 및 $27.2 \pm 0.2^\circ$ 에서 X-선 회절 특성 피크를 갖는다.

상기 옥시타늄 프탈로시아닌 전하발생물질은 광전도체, 특히 유기광전도체를
조하는데 유용하게 사용될 수 있다.

이하에서 본 발명을 실시예와 비교예를 통하여 더욱 상세히 설명하나 본 발명이
들 예에 의하여 한정되는 것은 아니다.

실시예 1(옥시타늄 프탈로시아닌 크루드의 합성)

합성에 1

본 발명의 합성 장치들 이용하여 파이렉스 용기 (9)에 1,2-디시아노벤젠 51.26g,
소 12.14g, 테트라부록시티탄 34.38g, 노나놀 100g을 넣고 마이크로파와 28kHz,
0W의 초음파 에너지를 적용하여 160-170℃에서 0.1-6시간 동안 반응물을 균일하게
반시켜 옥시타늄 프탈로시아닌을 합성하였다. 반응 중 반응물의 온도 조절은 PID
식 온도제어기 (8)로 1℃의 오차 범위에서 정밀하게 조절하였고 이에 따라 마이크
파의 출력이 10-3000W의 범위에서 조절되며, 마이크로파와 초음파 에너지는 반응의

하기부터 함께 사용하였다. 이렇게 얻어진 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드의 X-선 회절패턴을 [도 1]에 나타내었다.

합성에 2

실제 합성 장치를 이용하여 파이렉스 용기에 1,3-다이미노이소인돌린 12.5g, 테트라부록시티탄 29.31g, 퀴놀린 100g을 넣고 170-180℃에서 0.1-6시간 동안 반응을 일하게 교반시켜 옥시티타늄 프탈로시아닌을 합성하였다. 이렇게 얻어진 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드의 X-선 회절패턴을 [도 2]에 나타내었다.

실시에 2

비이커에 97%황산 300g을 계량하여 담고 교반하였다. 황산의 온도가 10℃이하가 되면 온도를 유지하면서 실시에 1의 합성에 2에 의해 얻어진 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드 10g을 서서히 녹인 후 2시간 동안 교반하였다. 교반이 완료된 황산용액을 물에 서서히 추가하여 옥시티타늄 프탈로시아닌을 재결정시키고 여과하여 옥시티타늄 프탈로시아닌을 분리하고 여액의 pH가 중성이 될 때까지 물로 세척하였다. 세척 완료된 옥시티타늄 프탈로시아닌 케이크를 클로로벤젠 100ml와 물 100ml (케이크에 함유된 물 포함)의 혼합용액에 추가한 후 마이크로파 발생장치

넣었다. 마이크로파 발생장치에서 PID온도 조절기를 이용하여 30분 동안 50℃로
열하고 50℃에서 1시간 동안 교반한 후 상온으로 식혔다. 상온으로 식힌 반응물을
과하여 옥시티타늄 프탈로시아닌을 분리하고 메탄올로 세척하였다. 세척이 완료된
시티타늄 프탈로시아닌을 건조기에서 건조하여 9.8g의 옥시티타늄 프탈로시아닌 전
발생물질을 얻었다. 이렇게 얻어진 옥시티타늄 프탈로시아닌의 X-선 회절패턴을 [
4]에 나타내었다.

옥시티타늄 프탈로시아닌의 X-선 회절 패턴은 다음과 같은 조건하에서 측정하였

X-선 전구: Cu

Cu K-알파 파장 (Å): 1.54056

전압 (kV): 40.0

전류 (mA): 100.0

출발 각 (° 2Theta): 5.00

정지 각 (° 2Theta): 45.00

스텝핑 각 (° 2Theta): 0.020

또한 본 발명에 따른 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질의 전자 현미경 사
(30,000배)은 [도 14]과 같다.

실시예 3

실시에 2에서 마이크로파 처리 온도를 60℃로 한 것 외에는 실시예 2와 동일하
실시하였다. 건조 후 9.8g의 옥시타늄 프탈로시아닌을 얻었으며 그 X-선 회절패
을 [도 5]에 나타내었다.

실시에 4

실시에 2에서 마이크로파 처리 온도를 70℃로 한 것 외에는 실시예 2와 동일하
실시하였다. 건조 후 9.8g의 옥시타늄 프탈로시아닌을 얻었으며 그 X-선 회절패
을 [도 6]에 나타내었다.

비교예 1

실시에 2에서 마이크로파를 사용하지않고 재래식 열원인 자석식 가열교반기를
용한 외에는 실시예 2와 동일하게 실시하였다. 건조 후 9.8g의 옥시타늄 프탈로
아닌을 얻었으며 그 X-선 회절패턴을 [도 7]에 나타내었다. 또한, 이렇게 얻어진
시타늄 프탈로시아닌 전하발생물질의 전자 현미경 사진(30,000배)은 [도 15]와
다.

비교예 2

실시에 3에서 마이크로파를 사용하지않고 재래식 열원인 자석식 가열교반기를
용한 외에는 실시예 3과 동일하게 실시하였다. 건조 후 9.8g의 옥시타늄 프탈로
아닌을 얻었으며 그 X-선 회절패턴을 [도 8]에 나타내었다.

•

•

비교예 3

실시에 4에서 마이크로파를 사용하지 않고 제래식 열원인 자석식 가열교반기를
용한 외에는 실시에 4와 동일하게 실시하였다. 건조 후 9.8g의 옥시티타늄 프탈로
아닌을 얻었으며 그 X-선 회절패턴을 [도 8]에 나타내었다.

실시에 5

실시에 3에서 얻어진 옥시티타늄 프탈로시아닌 5g을 20g의 테트라하이드로퓨란
분산시키고 5일간 방치한 후 여과하여 건조하였다. 건조된 옥시티타늄 프탈로시아
의 X-선 회절패턴을 [도 10]에 나타내었으며 여전히 감마-형의 결정형을 유지하고
음을 알 수 있다.

비교예 4

비교예 2에서 얻어진 옥시티타늄 프탈로시아닌 5g을 20g의 테트라하이드로퓨란
분산시키고 5일간 방치한 후 여과하여 건조하였다. 건조된 옥시티타늄 프탈로시아
의 X-선 회절패턴을 [도 11]에 나타내었으며 모든 결정이 감마-형에서 베타-형으로
완전히 전환되었음을 알 수 있다.

실시에 6

실시에 2에서 옥시타눔 프탈로시아닌 크루드를 실시예 1의 합성에 1에서 얻어 것으로 사용한 것 외에는 실시예 2와 동일하게 실시하였다. 건조 후 9.8g의 옥시타눔 프탈로시아닌을 얻었으며 그 X-선 회절패턴을 [도 12]에 나타내었다.

실시예 7

실시에 6에서 얻어진 옥시타눔 프탈로시아닌 5g을 20g의 테트라하이드로퓨란 분산시키고 5일간 방치한 후 여과하여 건조하였다. 건조된 옥시타눔 프탈로시아의 X-선 회절패턴을 [도 13]에 나타내었으며 여전히 감마-형의 결정형을 유지하고 있음을 알 수 있다.

X-선 회절패턴의 분석결과

본 발명 장치들 이용해 합성된 실시예 1의 합성에 1의 옥시타눔 프탈로시아닌 크루드의 X-선 회절 패턴을 보면 브래브 각 (2Theta) 27.2±0.2°의 위치에서만 피크가 재하는 새로운 결정형의 크루드를 나타낸다 (도 1참조). 반면 제래식 합성 장치들 통해 합성된 실시예 1의 합성에 2의 옥시타눔 프탈로시아닌 크루드의 X-선 회절 패턴은 전형적인 베타-형의 크루드를 나타낸다 (도 2 참조). 이는 본 발명 장치들 이용한 경우와 제래식 합성 장치들 이용한 경우 합성된 옥시타눔 프탈로시아닌 크루드가 서로 다른 결정형을 나타낸다는 것을 의미하며 본 발명 장치에 의해 합성된 옥시타눔 프탈로시아닌 크루드의 경우 감마-형의 특징을 나타내는 27.2±0.2°의 위치에서만 피크가 존재하므로 후처리 가공공정 후 베타-형의 피크를 전혀 가지지 않으므

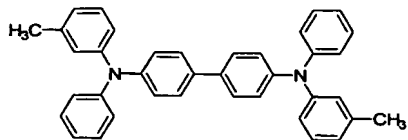
결정안정성이 매우 우수하다. 또한, 본 발명 장치를 이용해 합성된 옥시타늄 프탈로시아닌 전하발생층질의 X-선 회절 패턴을 보면 브래브각 (2Theta)이 $26.1 \pm 0.2^\circ$ 의 위치에 피크가 전혀 없음을 알 수 있다 (도 4 ~ 6 및 12 참조). 이는 결정이 모두 완전 감마-형으로 전이되었다는 것을 의미한다. 반면에 제래식 방법으로 처리하여 만들어진 옥시타늄 프탈로시아닌의 경우 브래브 각 (2Theta)이 $26.1 \pm 0.2^\circ$ 의 위치에 몇한 피크가 나타나는 것을 볼 수 있다 (도 7 ~ 9 참조. 원내가 베타-형 특성 피크). 이는 결정이 완전한 감마-형이 아니라 베타-형의 결정을 아직 가지고 있다는 것을 알 수 있으며 베타-형 피크의 세기는 온도가 증가함에 따라 세지는 경향을 보인다. 따라서 제래식 열원으로 후처리 할 경우 온도에 상당히 민감하다는 것을 알 수 있으며 더욱이 50도의 낮은 온도에서도 베타-형 피크가 나타나는 것을 알 수 있다. 반면, 마이크로파를 이용한 경우 베타-형 특성피크가 전혀 없는 완전한 감마-형의 결정을 알 수 있으며 온도에 영향이 거의 없다는 것을 알 수 있다. 또한 피크의 세기 또한 제래식 열원을 사용한 경우보다 마이크로파를 사용한 경우가 현저히 세다는 것을 알 수 있다. 베타-형 결정이 전혀 없는 완전한 감마-형의 결정형이므로 마이크로파를 사용한 옥시타늄 프탈로시아닌은 유기용제에 대한 결정안정성 또한 우수하다. 제래식 열원을 사용한 옥시타늄 프탈로시아닌은 베타-형 결정이 남아있으므로 용제 및 온도에 따른 결정안정성이 떨어지며 보다 안정한 베타-형 결정으로 쉽게 이되게 된다.

광전도 드럼의 전사사진 특성의 측정 시험 1

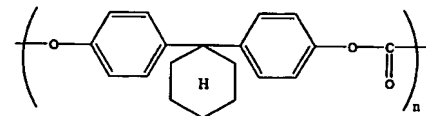
실시에 2에서 얻어진 옥시타늄 프탈로시아닌 2.0g을 폴리비닐부틸알 1.0g, 테트라하이드로퓨란 40g, 지름 1mm인 유리구 110g과 함께 도료분산기에서 5시간동안 분산시킨 후 테트라하이드로퓨란 150g을 추가하여 10분간 추가 분산하여 전하발생층 코팅액을 준비하였다. 산화막처리된 알루미늄 드럼의 표면에 준비된 전하발생층 코팅액 0.2μm두께로 코팅한 후 120℃의 건조기에서 5분간 건조하였다.

200g의 모노클로로벤젠에 N,N'-비스(3-메틸페닐)-N,N'-디페닐벤지딘 (화학식 2) g과 폴리(4,4'-시플로헥실리덴디페닐렌 카보네이트) (화학식 3) 25g을 각각 녹여 전수층 코팅액을 준비하였다.

화학식 2]



화학식 3]



준비된 전하수송층 코팅액은 전하수송층 코팅액은 전하발생층이 코팅된 알루미늄
드럼에 다시 코팅하여 120 의 건조기에서 30분간 건조하여 20 μ m의 전하수송층이 형
되도록하여 광전도 드럼을 제조하였다.

상기와 같이 준비된 광전도 드럼의 전사사진 특성들은 하기와 같은 항목들을 분
기 PDT-2000 (Quality Engineering Associates Inc, USA)을 사용하여 측정하였으며
2 결과는 아래 [표 1]에 나타내었다.

1) 초기표면전위 (VDDP)

광전도 드럼을 -6.0kV의 코로나 대전기를 이용하여 대전시켰을 때 광전도 드럼
면에 발생된 전위를 측정하였다.

2) 암감쇠 (DD5)

광전도 드럼의 표면을 -700V로 대전시킨 후 3초 후 (DD5) 드럼 표면의 전위 변화
측정하고 초기표면전위에 대한 백분율로 표시하였다.

$$\text{즉, DD5} = (\text{3초 후 표면전위} / \text{초기표면전위}) \times 100 (\%)$$

3) 감도 (E50%)

광전도 드럼의 표면을 -700V로 대전시킨 후 파장이 780nm인 단색광에 드럼 표면
노출 시켰을 때 드럼 표면의 전위가 초기 드럼 표면의 전위의 50%에 해당하는 전
로 되기위해 필요한 단색광의 세기를 측정하였다.

4) 최종전위 (VF)

드럼표면을 -700V로 대전시킨 후 파장이 780nm이고 세기가 13 J/cm²인 단색광에

출시했을 때 표면전위를 측정하였다.

3전도 드럼의 전자사진 특성의 측정 시험 2 - 6

4시예 3 - 7에서 얻어진 옥시티타늄 프탈로시아닌을 사용한 것 외에는 상기 시험 1

동일하게 실시하였으며 그 결과는 아래 [표 1]에 나타내었다.

3전도 드럼의 전자사진 특성의 측정 시험 7 - 10

1교예 1 ~ 4에서 얻어진 옥시티타늄 프탈로시아닌을 사용한 것 외에는 적용 실시예

4 동일하게 실시하였으며 그 결과는 아래 [표 1]에 나타내었다.

E 1) 전자사진 특성 측정 결과

구분	전하량정량률	VDDP (V)	DOS (Å)	ESD% (J/cm)	VF (V)
1	실시예 2	-713	95.4	0.100	-48
2	실시예 3	-718	95.6	0.102	-49
3	실시예 4	-713	95.7	0.100	-44
4	실시예 5	-691	92.3	0.102	-50
5	실시예 6	-750	96.8	0.086	-32
6	실시예 7	-721	95.1	0.095	-45
7	비교예 1	-689	91.5	0.130	-56
8	비교예 2	-691	91.5	0.125	-51
9	비교예 3	-687	91.4	0.129	-68
10	비교예 4	-531	70.5	0.398	-53

발명의 효과]

이상에서 상술한 바와 같이 본 발명은 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생층질을 조하기 위해 27.2±0.2°의 위치에서만 피크가 존재하는 새로운 결정형의 옥시티타 프탈로시아닌 크루드를 합성하고 이들 후처리 가공함에 있어서 마이크로파와 초음파를 적용함으로써 완전한 감마-형 옥시티타늄 프탈로시아닌을 얻을 수 있도록 하여 기용제나 온도에 대한 결정안정성을 획기적으로 개선하고 따라서 기존의 옥시티타 프탈로시아닌 전하발생층질의 문제점인 전하발생층 코팅액 제조 후의 취약한 보관 문제를 해결할 수 있다. 또한 보다 작고 균일한 입자들을 얻을 수 있도록 하여 전하발생층 코팅액 제조시 공정시간을 단축하여 향상된 생산성을 제공한다.

【허청구법위】

§구항 1]

옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드물 유기용매와 함께 균질하게 혼합하면서 주파 0.1 ~ 100 GHz, 출력 10 ~ 3,000W의 마이크로파와 1 ~ 1,000kHz, 10 ~ 5,000W의 음파 에너지를 적용하고 30-100℃의 온도에서 0.5-5시간동안 반응시키는 것을 특징로 하는 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질의 제조 방법.

§구항 2]

제 1항에 있어서, 상기 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드는 상온이하의 온도에서 1에 녹인 후 재결정된 것이나 혹은 건식 또는 습식 분쇄된 것임을 특징으로 하는 법.

§구항 3]

제 2항에 있어서, 상기 산은 황산, 인산 또는 할로겐화카르복시산인 것을 특징로 하는 방법.

§구항 4]

제 2항에 있어서, 재결정에 사용되는 용매는 물, 지방족 알코올, 방향족 코올, 케톤, 에테르, 에스테르 또는 그 혼합용액인 것을 특징으로 하는 방법.

§구항 5]

제 1항에 있어서, 상기 유기용매는 할로겐화벤젠, 할로겐화나프탈렌 또는 이들 물의 혼합용액인 것을 특징으로 하는 방법.

3구항 6]

제 5항에 있어서, 할로겐으로는 염소, 플루오, 브롬 또는 요오드로 하고 그 치환수는 1-4개인 것을 특징으로 하는 방법.

3구항 7]

제 1항에 있어서, 상기 반응은 50-70℃의 온도에서 행해짐을 특징으로 하는 방

3구항 8]

제 1항에 있어서, 상기 반응은 10분-5시간동안 행해짐을 특징으로 하는 방법.

3구항 9]

제 1항에 있어서, 옥시타늄 프탈로시아닌 크루드는 브래그각 27.2±0.2°에서만 X-회절 특성 피크를 갖는 것임을 특징으로 하는 방법.

3구항 10]

주파수 0.1 ~ 100 GHz, 출력 10-3,000W의 마크네트론 (1)과 마이크로파 용기 (2)의 마이크로 파장을 균일하게 하기 위한 모드 교반기 (3), 정확한 반응물의 온도 측 및 조절을 행하기 위한 PID 방식 온도제어기 (8), 마이크로파 용기 (2)의 상단면에 세 개의 구멍에 삽입된 마이크로파 차폐된 K형 열전대 (4), 응축기 (5), 교반통 (6), 마이크로파 용기 (2)의 하단면에 뚫린 한개의 구멍에 삽입된 초음파 팁 (7), 반응물이 입되는 파이렉스 용기 (9) 및 용매 탱크 (10)로 이루어지고, 파이렉스 용기 (9) 내에서 시티타늄 프탈로시아닌 크루드를 유기용매와 함께 균질하게 혼합하면서 주파수 0.1 100 GHz, 출력 10 ~ 3,000W의 마이크로파와 1 ~ 1,000kHz, 10 ~ 5,000W의 초음파

너지들 적용하고 마이크로파 차폐된 K형 열전대 (4) 및 PID 방식 온도제어기 (8)를
용하여 정밀하게 조절하면서 30-100℃의 온도에서 0.5-5시간동안 반응시켜 옥시타
늄 프탈로시아닌 전하발생물질들을 합성하는 것을 특징으로 하는 장치.

3구항 11]

제 10항에 있어서, 상기 옥시타늄 프탈로시아닌 크루드는 상온이하의 온도에
산에 녹인 후 재결정된 것이나 혹은 건식 또는 습식 분쇄된 것임을 특징으로 하는
장치.

3구항 12]

제 11항에 있어서, 상기 산은 황산, 인산 또는 할로겐화카르복시산인 것을 특징
로 하는 장치.

3구항 13]

제 11항에 있어서, 재결정에 사용되는 용매는 물, 지방족 알코올, 방향족 알코
올, 케톤, 에테르, 에스테르 또는 그 혼합용액인 것을 특징으로 하는 장치.

3구항 14]

제 10항에 있어서, 상기 유기용매는 할로겐화벤젠, 할로겐화나프탈렌 또는 이들
물질의 혼합용액인 것을 특징으로 하는 장치.

3구항 15]

제 14항에 있어서, 할로겐으로는 염소, 불소, 브롬 또는 요오드로 하고 그 치환
수는 1-4개인 것을 특징으로 하는 장치.

부구항 16]

제 10항에 있어서, 상기 반응은 50-70℃의 온도에서 행해짐을 특징으로 하는 장

부구항 17]

제 10항에 있어서, 상기 반응은 10분-5시간동안 행해짐을 특징으로 하는 장치.

부구항 18]

제 10항에 있어서, 옥시티타늄 프탈로시아닌 크루드는 브래그각 $27.2 \pm 0.2^\circ$ 에서 X-선 회절 특성 피크를 갖는 것임을 특징으로 하는 장치.

부구항 19]

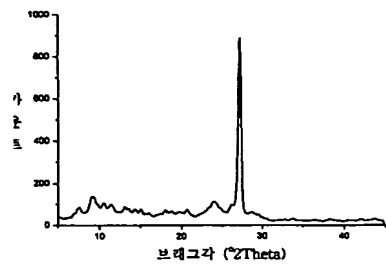
제 1항의 방법에 의해 제조되며, 브래브각 $7.2 \pm 0.2^\circ$, $9.6 \pm 0.2^\circ$, $11.7 \pm 0.2^\circ$, $13.4 \pm 0.2^\circ$, $14.1 \pm 0.2^\circ$, $14.8 \pm 0.2^\circ$, $18.0 \pm 0.2^\circ$, $18.4 \pm 0.2^\circ$, $22.3 \pm 0.2^\circ$, $23.4 \pm 0.2^\circ$, $24.1 \pm 0.2^\circ$, $24.5 \pm 0.2^\circ$ 및 $27.2 \pm 0.2^\circ$ 에서 X-선 회절 특성 피크 갖는 것을 특징으로 하는 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질.

부구항 20]

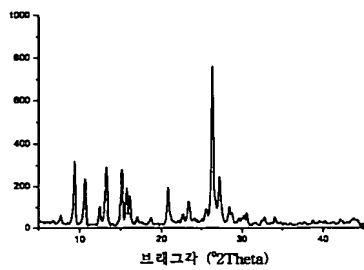
제 19항의 옥시티타늄 프탈로시아닌 전하발생물질을 사용하여 제조된 광전도체.

【도면】

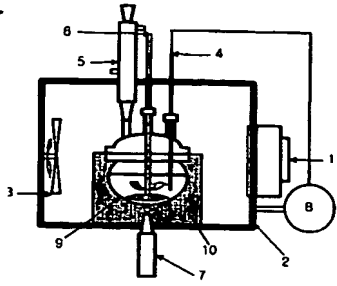
도 1]



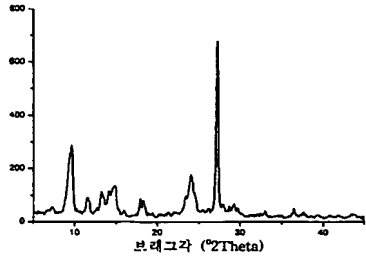
도 2]

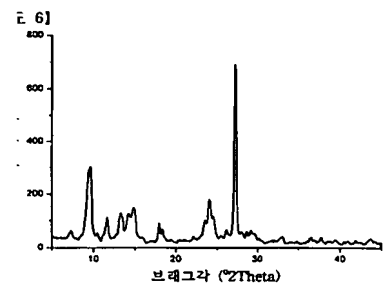
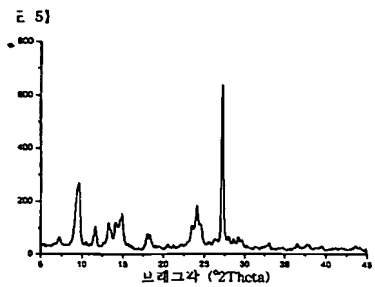


3]

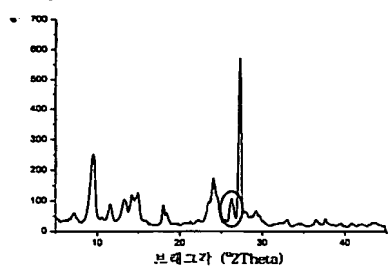


4]

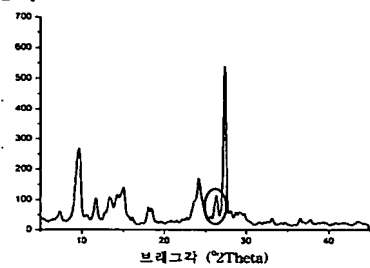


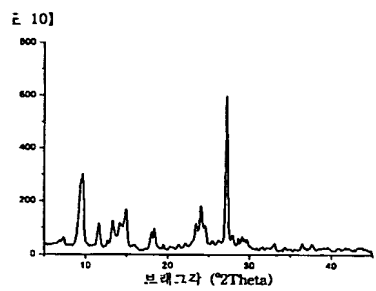
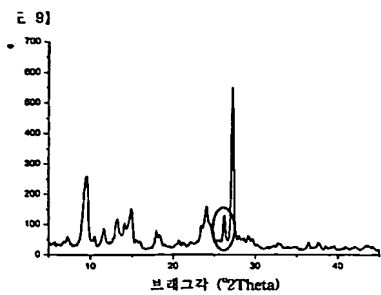


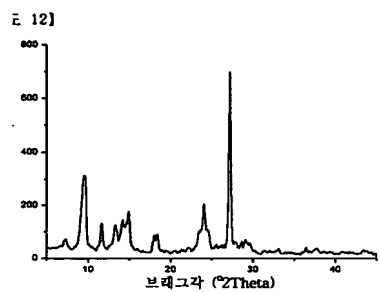
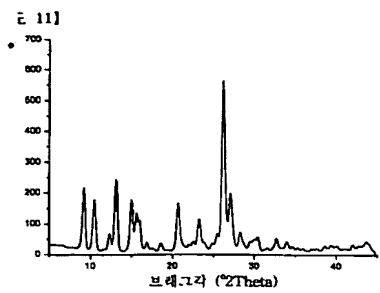
예 7]

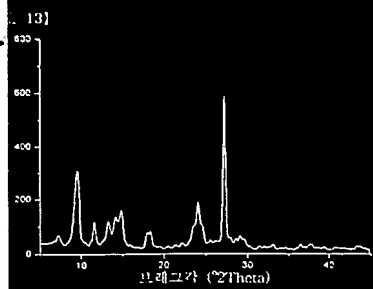


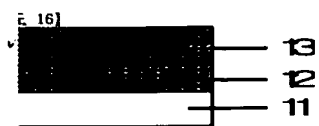
예 8]











Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/KR04/002561

International filing date: 07 October 2004 (07.10.2004)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: KR
Number: 10-2003-0070060
Filing date: 08 October 2003 (08.10.2003)

Date of receipt at the International Bureau: 28 October 2004 (28.10.2004)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.